

日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

2001年 3月23日

出 願 番 号

Application Number:

特願2001-084944

出 願 人

Applicant (s):

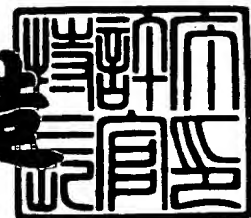
三菱レイヨン株式会社



2001年 4月13日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3029044

【書類名】 特許願

【整理番号】 N01008

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 D01F 06/04

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県豊橋市牛川通四丁目 1 番地の 2 三菱レイヨン株式会社豊橋事業所内

【氏名】 清水 喜茂

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県豊橋市牛川通四丁目 1 番地の 2 三菱レイヨン株式会社豊橋事業所内

【氏名】 山本 洋

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県豊橋市牛川通四丁目 1 番地の 2 三菱レイヨン株式会社豊橋事業所内

【氏名】 坂倉 秀夫

【特許出願人】

【識別番号】 000006035

【氏名又は名称】 三菱レイヨン株式会社

【代理人】

【識別番号】 100091948

【弁理士】

【氏名又は名称】 野口 武男

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2000-104600

【出願日】 平成12年 4月 6日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 011095

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9704250

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 難燃性ポリプロピレン繊維及びその製造方法並びに難燃性ポリプロピレンフィルム

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 リン酸エステル系難燃剤を 0.5 重量%以上と、NOR 型ヒンダードアミン系安定剤を 0.4 重量%以上とを含有することを特徴とする難燃性ポリプロピレン繊維。

【請求項 2】 繊維強度が 4.0 cN/dtex 以上であることを特徴とする請求項 1 記載の難燃性ポリプロピレン繊維。

【請求項 3】 JIS No. L-1091 D 法の接炎試験に則って 5 つの試料について測定した接炎回数の平均値が 4 回以上であり、且つ 5 つの試料の接炎回数には 3 回以下の結果を含まないことを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の難燃性ポリプロピレン繊維。

【請求項 4】 JIS No. L-1091 D 法の接炎試験に則ってミクロバーナーで試料に着火する際、着火所要時間が 10 秒以上であることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の難燃性ポリプロピレン繊維。

【請求項 5】 前記リン酸エステル系難燃剤が芳香族系ホスフェートであることを特徴とする請求項 1～4 のいずれかに記載の難燃性ポリプロピレン繊維。

【請求項 6】 前記 NOR 型ヒンダードアミン系安定剤は、アルコキシル基（-OR）の R が炭素数 5～12 のシクロアルキル基であることを特徴とする請求項 1～5 のいずれかに記載の難燃性ポリプロピレン繊維。

【請求項 7】 耐光安定剤として紫外線吸収剤を 0.3 重量%未満含有することを特徴とする請求項 1～6 のいずれかに記載の難燃性ポリプロピレン繊維。

【請求項 8】 前記ポリプロピレン繊維がマルチフィラメント系であることを特徴とする請求項 1～7 のいずれかに記載の難燃性ポリプロピレン繊維。

【請求項 9】 前記難燃性ポリプロピレン繊維が芯鞘構造を有し、芯成分はリン酸エステル系難燃剤と NOR 型ヒンダードアミン系安定剤とを含有するポリプロピレン樹脂であり、鞘成分はヒンダードアミン系安定剤を 0.3 重量%以下で含有するポリプロピレン樹脂であり、全繊維がリン酸エステル系難燃剤を 0.5

重量%以上と、NOR型ヒンダードアミン系安定剤を0.4重量%以上とを含有することを特徴とする請求項1～8のいずれかに記載の難燃性ポリプロピレン繊維。

【請求項10】メルトフロレート値が5～50g/10分であるポリプロピレン樹脂に、ヒンダードアミン系安定剤を0.4重量%以上と、リン酸エステル系難燃剤を0.5重量%以上とを混合し、溶融紡糸して未延伸糸を形成し、次いで延伸倍率2～7倍、延伸温度50～100℃の範囲で延伸し、更に60～140℃の温度で熱セットすることを特徴とする難燃性ポリプロピレン繊維の製造方法。

【請求項11】リン酸エステル系難燃剤を0.5重量%以上と、NOR型ヒンダードアミン系安定剤を0.4重量%以上とを含有することを特徴とする難燃性ポリプロピレンフィルム。

【請求項12】前記NOR型ヒンダードアミン系安定剤はアルコキシル基（—OR）のRが炭素数5～12のシクロアルキル基であり、前記リン酸エステル系難燃剤は芳香族系ホスフェートであることを特徴とする請求項11記載の難燃性ポリプロピレンフィルム。

【請求項13】前記フィルムの厚みが300μm以下であり、且つJIS No. L-1091 A4法の垂直燃焼試験において着火しない、或いは着火しても延焼することなく5秒以内で自然消火することを特徴とする請求項11又は12記載の難燃性ポリプロピレンフィルム。

【請求項14】前記難燃性ポリプロピレンフィルムが複数層を有し、少なくとも一の中間層成分はリン酸エステル系難燃剤とNOR型ヒンダードアミン系安定剤とを含有するポリプロピレン樹脂であり、最外層成分はヒンダードアミン系安定剤を0.3重量%以下で含有するポリプロピレン樹脂であり、全フィルムがリン酸エステル系難燃剤を0.5重量%以上と、NOR型ヒンダードアミン系安定剤を0.4重量%以上とを含有することを特徴とする請求項11又は12記載の難燃性ポリプロピレンフィルム。

【請求項15】前記各中間層の厚みが300μm以下であり、且つJIS No. L-1091 A4法の垂直燃焼試験において着火しない、或いは着火して

も延焼することなく 5 秒以内に自然消火することを特徴とする請求項 1 4 記載の難燃性ポリプロピレンフィルム。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、十分な強度を有し、且つ高度の難燃性をも兼ね備え、更には燃焼時に有毒ガスを発生しない難燃性ポリプロピレン繊維及びその製造方法並びに難燃性ポリプロピレンフィルムに関する。

【0 0 0 2】

【従来技術】

従来から難燃性能を有するポリプロピレン系繊維製品として、例えばポリプロピレン繊維より構成された繊維製品に、後加工によりハロゲン系難燃剤を付与したものが一般的である。或いは、例えばポリプロピレン樹脂に予め難燃剤を添加して熔融紡糸する繊維に難燃剤を練り込んだタイプの難燃性繊維も知られている。

【0 0 0 3】

近年では、環境面から燃焼時にも有毒ガスが発生することのない非ハロゲン系難燃剤を使用することが求められている。非ハロゲン系難燃剤を使用した製品として、例えば特開平 9 - 3 1 0 0 4 8 号公報にポリオレフィン系難燃性粘着テープが開示されている。同テープはポリオレフィン系樹脂と難燃剤とを主体としたテープ基材に粘着剤を設けている。前記テープ基材は、ポリオレフィン系樹脂に対して難燃剤として無機系難燃剤と、耐候剤としてヒンダードアミン系化合物と、耐候助剤としてヒドロタルサイト化合物とを配合し、混練、分散してシート化して製造される。前記無機系難燃剤としては、水酸化マグネシウム、水酸化アルミニウム、酸化スズ、酸化アンチモン、赤リン等が挙げられている。

【0 0 0 4】

また、例えば特開平 7 - 1 0 2 1 2 8 号公報には、フィルム、シート、パイプ、容器、電線、ケーブル等の成形品の用途に用いられる、耐熱性に優れた架橋性難燃組成物が開示されている。同組成物は、ポリオレフィン系樹脂を含む所定の

樹脂材料と難燃剤と赤リンとが所定の割合で配合されている。前記難燃剤としてはハロゲン系難燃剤、リン系難燃剤、無機系難燃剤などの添加型難燃剤が挙げられている。また、赤リンを配合することにより、さらに高度の難燃性を付与できるとしている。

【 0 0 0 5 】

例えば、特開平 1 1 - 6 0 8 3 7 号公報には難燃性に優れたスタンパブルシートを製造するのに適した難燃化ポリプロピレンコンパウンドが開示されている。同難燃化ポリプロピレンコンパウンドは、ポリプロピレンに対し難燃剤として金属水和物が特定量含まれている。このように、金属水和物を特定量配合することにより、室温での粉碎によっても、粉碎品（コンパウンド）の融着によるメッシュ目詰まりが抑制できるとしている。

【 0 0 0 6 】

しかし、これらの難燃剤を使用して難燃性能を得た製品は、難燃剤が極めて高濃度で配合されている。具体的には、樹脂成分を 1 0 0 重量部としたときに、特開平 9 - 3 1 0 0 4 8 号公報に開示されているポリオレフィン系難燃性粘着テープでは 3 0 ~ 2 0 0 重量部、特開平 7 - 1 0 2 1 2 8 号公報の架橋性難燃組成物では 5 ~ 2 0 0 重量部、特開平 1 1 - 6 0 8 3 7 号公報の難燃化ポリプロピレンコンパウンドでは 5 0 ~ 2 0 0 重量部である。

【 0 0 0 7 】

これら公報に開示されている樹脂材料はいずれも、シートや各種の成形品であって、繊維としての用途は意図していない。従って、難燃剤を上述のように極めて高濃度で添加していても強度的に問題はないが、かかる樹脂材料を繊維用途や薄層フィルムとした場合には、物性的に低強度の繊維やフィルムしか得られない。また、製糸及び製膜時の安定性も問題となる。

【 0 0 0 8 】

さらにポリプロピレン繊維においては繊維物性を持続させるために一般に耐光安定剤が添加されているが、この耐光安定剤は難燃剤により死活し、経時的な強度低下が著しいという大きな問題がある。

【 0 0 0 9 】

一方、国際公開第WO99/00450号（PCT/US98/13469号）公報には、耐光安定剤として知られているヒンダードアミン系化合物のうち、特にそのNOR型の化合物が難燃性能を示すことを開示している。また、同公報には、このNOR型ヒンダードアミン系化合物は多様な樹脂材料に添加できるものであり、その実施例ではポリプロピレン繊維の難燃剤としてNOR型ヒンダードアミン系化合物を0.25～1.0重量%を添加することが開示されている。NOR型ヒンダードアミン系化合物のみを1%含有したポリプロピレン繊維が、従来の繊維に用いられる難燃剤として広く知られた臭素酸系難燃剤のみを3%含有するポリプロピレン繊維と同等の難燃性能を示すとしている。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】

なお、同公報ではプロピレン繊維を含む各種繊維に対して、様々なNOR型ヒンダードアミン系化合物を含有量を変化させて添加し、それらの難燃性能について検討を行っている。しかしながら、この国際公開公報では初期難燃性能以外の性能、例えば繊維強度や難燃性能の持続性などについては検討がなされておらず、当然にその記載もない。更に、国際公開公報ではNOR型ヒンダードアミン系化合物にリン系化合物、ハロゲン系化合物などの他の難燃剤を組合せ、その総量が0.5～20重量%とすることが記載されている。しかし、ポリプロピレン繊維に難燃剤を組み合わせる含有させたときの具体的な検討はなされていない。

【0011】

また、こうして難燃剤として機能するNOR型ヒンダードアミン系化合物は光安定剤としての機能も有するため、同NOR型ヒンダードアミン系化合物は経時的に両機能を低下させていき、長期間にわたって所要の難燃性能を維持することができない。

【0012】

そこで本発明は上述したような従来技術の問題を解決すべく、長期間にわたって優れた難燃性能を維持できると共に、養生ネット等の建築資材用途として要求される繊維強度を十分に備え、且つ燃焼しても有害ガスを発生することのない非ハロゲン系のポリプロピレン難燃繊維とその製造方法、並びに同様に燃焼

しても有毒ガスを発生することのない非ハロゲン系の難燃性ポリプロピレンフィルムを提供することを目的としている。

【0013】

【課題を解決するための手段及び作用効果】

上述の問題を解決するために本発明者らが鋭意検討を行った結果、ポリプロピレン繊維に、リン酸エステル系の難燃剤とNOR型ヒンダードアミン系の安定剤（以下、「NOR型HALS系安定剤」と略記する。）とを特定範囲で含有させることにより、長期間にわたって高度の難燃性能を維持でき、且つ実用上充分である繊維強度をも兼ね備えたポリプロピレン難燃繊維が得られることを見出した。また、ポリプロピレンフィルムに、リン酸エステル系の難燃剤とNOR型HALS系の安定剤とを特定範囲で含有させることにより、薄層フィルムとした場合にも同様に、高度の難燃性能を有するポリプロピレンフィルムを得られることを見出した。

【0014】

すなわち、本件請求項1に係る発明は、リン酸エステル系難燃剤を0.5重量%以上と、NOR型HALS系安定剤を0.4重量%以上とを含有することを特徴とする難燃性ポリプロピレン繊維である。

【0015】

本発明のポリプロピレン繊維としては、プロピレンホモポリマーを主体とする繊維以外にも、プロピレンと他の α -オレフィンモノマー、例えばエチレン、ブテン-1等とのコポリマーなど、熔融可能なポリプロピレン樹脂を主体とする繊維をも含むものである。

【0016】

本発明の難燃性ポリプロピレン繊維は、繊維中の重量の割合として、0.5重量%以上のリン酸エステル系難燃剤と、0.4重量%以上のNOR型HALS系安定剤とを含有していることが重要である。リン酸エステル系難燃剤及びNOR型HALS系安定剤の含有量が上述の範囲内にあれば、リン酸エステル系難燃剤の難燃性能をNOR型HALS系安定剤により促進させることができる。

【0017】

これは、ポリプロピレンの燃焼過程では固相中でポリマー主鎖が切れアルキルラジカル ($R\cdot$) が生じ酸素と反応、即ち燃焼するものであるが、このとき、NOR型HALS系安定剤はポリマーから発生するアルキルラジカルを補足することで酸素との反応を抑制するものと推定され、それにより難燃性能が得られるものと考えられる。なお、従来のNH型や NCH_3 型のヒンダードアミン系安定剤はNOR型のHALS系安定剤に比べてアルキルラジカルとの反応速度が遅いため、NOR型HALS系安定剤を含有する場合のような難燃性能は発現しない。

【0018】

このように、NOR型HALS系安定剤とリン酸エステル系難燃剤との相乗的な効果によりリン酸エステル系難燃剤の含有量が少なくても優れた難燃性能を確保できるため、リン酸エステル系難燃剤の含有量を低く抑えて必要十分な繊維強度を確保できる。また、たとえNOR型HALS系安定剤による難燃効果が経時的に低減しても、リン酸エステル系難燃剤によってその難燃性能が補完され、所要の難燃性能を維持できる。

【0019】

すなわち、本発明はリン酸エステル系難燃剤の含有量を0.5重量%以上と大幅に削減することが可能となり、しかも同リン酸エステル系難燃剤の含有量が極めて少ないにもかかわらず、本発明の難燃性ポリプロピレン繊維にはNOR型HALS系安定剤との相乗的な効果により高度の難燃性を付与することができると共に、繊維として十分な強度をも備えることができる。従って、本発明の難燃性ポリプロピレン繊維は、通常に使用される自動車内装材やカーペット等の屋内用途のみならず、養生シートとして土木、建築現場等屋外で用いることも可能であり、幅広い用途で利用が可能となる。

【0020】

前記リン酸エステル系難燃剤は0.5重量%以上含有することが必要であり、更には、0.5～3.0重量%含有されていることが好ましい。同リン酸エステル系難燃剤の含有量が0.5重量%未満であると、NOR型HALS系安定剤との相乗効果が得られず難燃性能が不十分となる。また、含有量が3.0重量%を越えると繊維の強度低下が認められるため、3.0重量%以下とすることが好ま

しい。

【 0 0 2 1 】

前記ポリプロピレン繊維に含有されているNOR型HALS系安定剤は、その含有量を0.4重量%以上とすることが必要である。更には、NOR型HALS系安定剤が0.5～2.0重量%含有されていることが好ましい。前記NOR型HALS系安定剤の含有量が0.4重量%未満であると、十分な難燃性能を得るためにはリン酸エステル系難燃剤の含有量を多くしなければならないため、十分な繊維強度が得られなくなる。なお、NOR型HALS系安定剤の含有量が2.0重量%を超えても、リン酸エステル系難燃剤の難燃性能を向上させる効果は期待できず、むしろ製糸性を損なうといった不都合が生じる場合もあり、また、製造コストも高くなるため、NOR型HALS系安定剤の含有量は2.0重量%以下とすることが好ましい。

【 0 0 2 2 】

本件請求項2に係る発明は、難燃性ポリプロピレン繊維の繊維強度が、4.0 cN/dtex以上であることを特徴としている。

繊維強度が4.0 cN/dtex未満では繊維強度が不足し、養生ネット等の建築資材用途で展開する繊維製品として必要な物性を満足できない。

【 0 0 2 3 】

本件請求項3に係る発明は、難燃性ポリプロピレン繊維が、JIS No. L-1091 D法の接炎試験に則って5つの試料について測定した接炎回数の平均値が4回以上であり、且つ5つの試料の接炎回数には3回以下の結果を含まないことを特徴としている。

【 0 0 2 4 】

なお、JIS No. L-1091 D法の接炎試験とは以下のとおりである。即ち、幅100mm、質量1gの試験片を幅100mmに丸めて、直径0.5mmの硬質ステンレス銅線からなる内径10mm、線相互間隔2mm、長さ150mmの試験片支持コイル内に挿入して、燃焼試験箱内に45°の傾斜に保持する。試験片の最下端にマイクロバーナーの炎を接触させ、試験片が溶融しつつ燃焼を停止するまでマイクロバーナーの位置を固定して加熱する。更に残った試験片の

最下端にマイクロバーナーの炎が接触するよう同バーナーを移動し前回と同様に加熱する。試験片の下端から90mmのところを溶融し燃焼するまで同様の操作を繰り返し、その接炎回数を測定する。

【0025】

J I S No. L-1091 D法の接炎試験においては、5つの試料について測定した接炎回数の平均値が3回以上で難燃性能があるとされているが、本発明ではより高い難燃性能を求めている。従って、本発明では同接炎試験に則り5つの試料について測定した接炎回数の平均値が4回未満では難燃性能としては不十分であり、また5つの試料の接炎回数の測定結果の中に3回以下の結果が含まれる場合は、難燃性能の安定性が不十分であるとしている。

【0026】

更に、本件請求項4に係る発明は、上述したJ I S No. L-1091 D法の接炎試験に則ってマイクロバーナーで試料に着火する際、着火所要時間が10秒以上であることを特徴としている。

【0027】

すなわち、J I S No. L-1091 D法には試料が燃焼を開始するまで着火を継続するとされており、着火時間が規定されていない。そのため、難燃性能に優れた試料においては着火するまでの時間が長く、着火前に相当量の試料が溶融損失し、接炎回数が小さくなるという矛盾が生じる。そこで本発明では燃焼開始に要する接炎時間が10秒以上の場合には高度な難燃性能があることを確認した。

【0028】

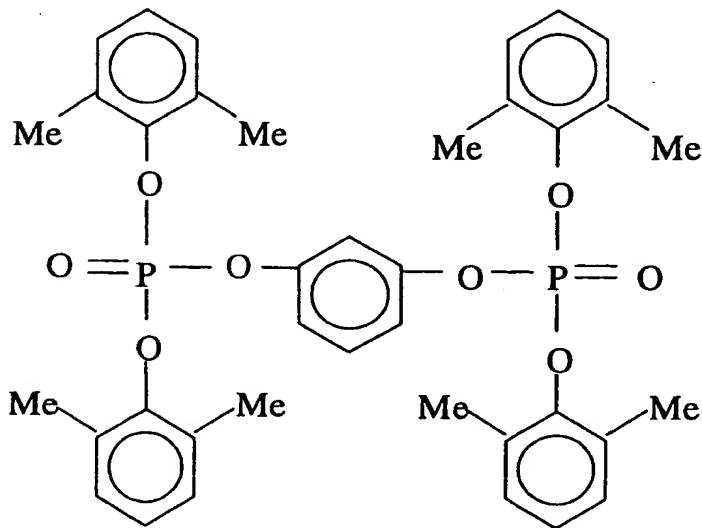
前記リン酸エステル系難燃剤として、具体的には、芳香族系ポリホスフェート、脂肪族ポリホスフェート等が挙げられる。このリン酸エステル系難燃剤は、250℃で分解したり変性することがなく、ポリプロピレン樹脂に練り込みが可能なリン酸エステル系難燃剤であれば特に限定されるものではないが、本件請求項5に係る発明によれば、前記リン酸エステル系難燃剤は、芳香族系ポリホスフェートであることを特徴としている。

【0029】

特に、次の化学式1や化学式2で示される構造の芳香族系ポリホスフェートを採用することが好ましく、この芳香族系ポリホスフェートは、少量を添加した時にも十分な難燃性能を示す優れた適性を有している。

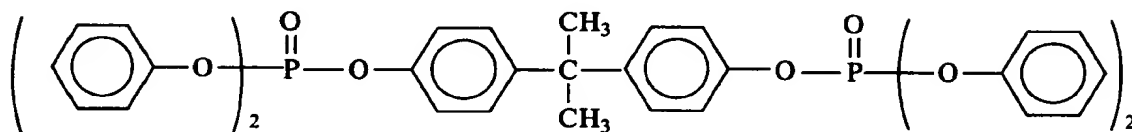
【0030】

【化1】



【0031】

【化2】



【0032】

本件請求項6に係る発明では、前記NOR型HALS系安定剤は、アルコキシ基(—OR)のRが炭素数5～12のシクロアルキル基であることを特徴としている。

なお、前記NOR型HALS系安定剤は耐光安定剤としても機能するため、経時的に死活し、繊維中のNOR型HALS系安定剤の含有量は経時的に減少する。その結果、同NOR型HALS系安定剤のリン酸エステル系難燃剤との相乗効果も低下し、難燃性能も経時的に低下することは否めない。

【0033】

そこで、難燃性能の経時的な低下を防ぐために、ポリプロピレン繊維に紫外線吸収剤を含有させることが望ましい。このように耐光安定剤として紫外線吸収剤を併用することによって、耐久性に優れた難燃性ポリプロピレン繊維を得ることができる。

【0034】

本件請求項7に係る発明では、耐光安定剤として紫外線吸収剤を0.3重量%未満含有することを特徴としている。更には、前記紫外線吸収剤の含有量は0.1重量%以上0.3重量%未満の範囲が好適である。なお、前記紫外線吸収剤としては、一般に使用されるベンゾトリアゾール系、ベンゾフェノン系、ベンゾエート系およびシアノアクリレート系等の紫外線吸収剤から任意に選択できる。特にベンゾフェノン系紫外線吸収剤が好適に用いられる。

【0035】

本件請求項8に係る発明は、前記ポリプロピレン繊維がマルチフィラメント系であることを特徴としている。前記難燃性ポリプロピレン繊維がマルチフィラメント系である場合は、布帛にしたときの強度や布帛の緻密性などに優れているため特に好ましい。

【0036】

しかしながら、本発明の難燃性ポリプロピレン繊維は短繊維、長繊維の何れでもよく、長繊維はモノフィラメント系、マルチフィラメント系などの何れの糸条であってもよい。また、スパンボンドのような、紡糸から直接不織布を製造する際の不織布を構成する糸であってもよい。また、本発明の難燃性ポリプロピレン繊維の繊維度は特に制限はなく任意の繊維度が利用できる。難燃性ポリプロピレン繊維の繊維断面形状は、円形断面、中空断面、三角等の異型断面であっても良い。

さらに、繊維物性を害さない範囲で、着色顔料、分散剤、蛍光増白剤、艶消剤、滑剤、帯電防止剤、抗菌剤等、他の添加剤を配合してあっても良い。

【0037】

本件請求項9に係る発明は、前記難燃性ポリプロピレン繊維が芯鞘構造を有し、芯成分はリン酸エステル系難燃剤とNOR型HALS系安定剤とを含有するポリプロピレン樹脂であり、鞘成分はヒンダードアミン系安定剤（以下、「HAL

S系安定剤」という。)を0.3重量%以下で含有するポリプロピレン樹脂であり、全繊維がリン酸エステル系難燃剤を0.5重量%以上と、NOR型HALS系安定剤を0.4重量%以上とを含有することを特徴とする。

【0038】

HALS系安定剤はアミン系化合物に特有の臭気を有する場合があります、通常の光安定剤として添加する場合は少量であるため、最終製品においてその臭気が問題となることはない。しかしながら、本発明にあっては難燃性の向上を目的としてHALS系安定剤を添加しているため、通常の光安定剤として添加する場合に比べてその添加量が大きい。そのため最終製品においてHALS系安定剤の臭気による不都合が生じる場合もある。そこで、本件請求項8に係る発明のように、芯鞘型複合繊維として、その芯部の成分に難燃性を付与するためのリン酸エステル系難燃剤とNOR型HALS系安定剤とを添加することで、その臭気を問題のない程度まで抑えることができる。

【0039】

また、この芯鞘型複合繊維であっても、全繊維中に含有されるリン酸エステル系難燃剤とNOR型HALS系安定剤の量が請求項1に規定されている範囲にあれば、単一構造の繊維と同等の難燃性能を得ることができる。従って、芯部と鞘部との比率は特に限定されるものではないが、断面形状の形成安定性、製糸安定製等を考慮すれば、芯部／鞘部の比率は1／3～3／1の範囲とすることが好ましい。

【0040】

更には、本発明の難燃性ポリプロピレン繊維は、芯鞘型複合繊維だけでなく、接合型（サイドバイサイド型）複合繊維であってもよく、更には海島繊維など、多様な複合形態の繊維構造を採用することが可能である。また、本発明の難燃性ポリプロピレン繊維は、織編物や不織布として用いられる。

【0041】

上述したような本発明の難燃性ポリプロピレン繊維を製造するために、本件請求項10に係る発明は、メルトフロレート値が5～50g／10分のポリプロピレン樹脂に、HALS系安定剤が0.4重量%以上と、リン酸エステル系難燃剤

が 0.5 重量%以上とを混合して、溶融紡糸して未延伸糸を形成し、次いで延伸倍率 2～7 倍、延伸温度 50～100℃の範囲で延伸し、更に 60～140℃の温度で熱セットすることを特徴とする難燃性ポリプロピレン繊維の製造方法を提供する。

【0042】

前記ポリプロピレン樹脂に HALS 系安定剤やリン酸エステル系難燃剤、更に必要に応じて紫外線吸収剤を混合させる方法としては、溶融紡糸直前にポリプロピレン樹脂に HALS 系安定剤、リン酸エステル系難燃剤、及び紫外線吸収剤を添加して溶融紡糸する方法がある。或いは、難燃剤の分散性を考慮すれば、予め、HALS 系安定剤、リン酸エステル系難燃剤、及び紫外線吸収剤をそれぞれ高濃度でポリプロピレン樹脂に添加したマスターバッチ（以下、「MB」と記す。）をそれぞれに作成し、溶融紡糸直前にポリプロピレン樹脂のペレットに、HALS 系安定剤及びリン酸エステル系難燃剤の各 MB を、上述した所要の含有量となるようにブレンドして溶融紡糸する方法が好ましい。

【0043】

なお、マスターバッチにおける HALS 系安定剤やリン酸エステル系難燃剤の添加量は、1.5～60 重量%であることが好ましい。マスターバッチにおける安定剤や難燃剤の添加量が 60 重量%を越えるとマスターバッチの作成が難しく、マスターバッチの粒径が不揃いになり製糸段階で不調を来す原因となる。

【0044】

前記ポリプロピレン樹脂のメルトフロレート値は、繊維強度を考慮して 5～50 g/10 分の範囲で設定することが好ましい。より好ましくは 10～30 g/10 分である。なお、本発明におけるメルトフロレート値とは、JIS No. K-7210 に準拠して、試験温度 230℃、試験荷重 2.16 Kg の測定条件で測定している。

【0045】

前記メルトフロレート値が 5 g/10 分未満であると、溶融紡糸する際、十分な製糸性を確保するために紡糸温度を高く設定する必要がある、ポリオレフィン樹脂に添加する着色用顔料や難燃剤等が変質し着色または変色するといった不都

合が生じる。一方、前記メルトフロレート値が50 g / 10分より高いと低強度の繊維しか得られない。

【0046】

前記紡糸温度は210～250℃であることが好ましい。前記紡糸温度が210℃未満であると、メルトフローレート値が50 g / 10分のポリプロピレン樹脂を使用しても低強度の繊維しか得られず、また、250℃より高いとポリオレフィン樹脂に添加する着色用顔料や難燃剤等が変質し着色または変色する。

【0047】

熔融紡糸により得られた未延伸糸は、次いで、延伸倍率2～7倍、好ましくは4～7倍、延伸温度50～100℃の範囲で延伸し、さらに60～140℃の温度で熱セットする。

【0048】

延伸延伸倍率が2倍未満では、得られた繊維の強度が低く、伸度が高くなる。延伸倍率が7倍を越えると製糸性が悪化する。また、延伸温度が50℃未満では、高倍率延伸ができず繊維強度が低く、製糸安定性も悪化する。一方、延伸温度が100℃を越えると、製糸安定性が低下する。

【0049】

熱セットについては、熱板方式又は熱ローラー方式のどちらでも採用可能である。熱セット温度が60℃未満では得られる繊維に収縮が残り、産業資材等の製品として加工後、製品の寸法安定性が悪化する。一方、熱セット温度が140℃を越えると製糸性が低下する。

【0050】

なお、本発明の方法では、熔融紡糸された未延伸糸を巻き取ることなく、熔融紡糸した繊維を連続して延伸するSDW等、いわゆる直接紡糸延伸法でも繊維化が可能である。

【0051】

本件請求項11に係る発明は、リン酸エステル系難燃剤を0.5重量%以上と、NOR型HALS系安定剤を0.4重量%以上とを含有することを特徴とする難燃性ポリプロピレンフィルムである。

【 0 0 5 2 】

本発明の難燃性ポリプロピレンフィルムは、0.5重量%以上のリン酸エステル系難燃剤と、0.4重量%以上のNOR型HALS系安定剤とを含有しているため、上述した難燃性ポリプロピレン繊維と同様に、リン酸エステル系難燃剤の難燃性能をNOR型HALS系安定剤により促進させることができ、リン酸エステル系難燃剤の含有量が少なくても優れた難燃性能を確保できる。そのため、リン酸エステル系難燃剤の含有量を低く抑えることができ、十分なフィルム強度を確保できる。また、たとえNOR型HALS系安定剤による難燃効果が経時的に低減しても、リン酸エステル系難燃剤によってその難燃性能が補完され、所要の難燃性能を維持できる。

【 0 0 5 3 】

前記リン酸エステル系難燃剤は0.5重量%以上含有することが必要であり、更には、0.5～3.0重量%含有されていることが好ましい。また、前記ポリプロピレン繊維に含有されているNOR型HALS系安定剤は、その含有量を0.4重量%以上とすることが必要である。更には、NOR型HALS系安定剤が0.5～2.0重量%含有されていることが好ましい。

【 0 0 5 4 】

更に本件請求項12に係る発明によれば、前記NOR型HALS系安定剤はアルコキシル基(—OR)のRが炭素数5～12のシクロアルキル基であり、前記リン酸エステル系難燃剤は芳香族系ホスフェートであることを特徴としている。

【 0 0 5 5 】

本件請求項13に係る発明によれば、前記フィルムの厚みが300 μ m以下であり、且つJIS No. L-1091 A4法の垂直燃焼試験において着火しない、或いは着火しても延焼することなく5秒以内に自然消火することを特徴としている。

【 0 0 5 6 】

なお、JIS No. L-1091 A4法の垂直燃焼試験とは以下の通りである。即ち、約70mm×300mmの試験片を準備し、燃焼試験箱の中でマイクロバーナーの炎の長さが38mmになるように調節する。試験片の下端がミクロ

バーナーの口から 19 mm の高さとなるように試験片を固定する。試験片の幅の中央に炎が当たるようにバーナーの位置を調節し、試験片に着火する。12 秒間加燃後、炎を取り除き、残炎時間を測定する。この測定は 5 度繰り返し、その平均値を測定結果とした。

【0057】

フィルムの厚みが 300 μ m 以下であることが難燃性能の発現に重要であり、望ましくは 100 μ m 以下である。前記フィルムの厚みが 100 μ m 以下では JIS No. L-1091 A4 法の垂直燃焼試験において着火することがなく、100 μ m を越えて 300 μ m 以下ではフィルムに着火するが、5 秒以内に消火する。フィルムの厚みが 300 μ m を越えると延焼し続け、難燃性能が見られない。

【0058】

なお、本発明の難燃性ポリプロピレンフィルムは単一層からなるフィルムに限定されるものではなく、多層フィルムであってもよい。また、フィルムは未延伸、延伸を問うものではなく、更に、本発明のフィルムとは、その変形形態である、スプリットヤーンをも含むものである。

【0059】

本件請求項 14 に係る発明によれば、前記難燃性ポリプロピレンフィルムが複数層を有し、少なくとも一の間層成分はリン酸エステル系難燃剤と NOR 型 HALS 系安定剤とを含有するポリプロピレン樹脂であり、最外層成分は HALS 系安定剤を 0.3 重量% 以下で含有するポリプロピレン樹脂であり、全フィルムがリン酸エステル系難燃剤を 0.5 重量% 以上と、NOR 型 HALS 系安定剤を 0.4 重量% 以上とを含有することを特徴としている。

【0060】

このように複数層からなるフィルムにおいて、少なくとも一の間層にリン酸エステル系難燃剤と NOR 型 HALS 系安定剤とを添加することにより、難燃性を確保した上で、前記 HALS 系安定剤に起因する臭気を抑制することができる。

【0061】

もちろん、リン酸エステル系難燃剤とNOR型HALS系安定剤とを含有する層を中間層とする必要はなく、リン酸エステル系難燃剤とNOR型HALS系安定剤とを含有する層を最外層に配することもできる。

【0062】

また、本件請求項15に係る発明によれば、前記各中間層の厚みが300 μ m以下であり、且つJIS No. L-1091 A4法の垂直燃焼試験において着火しない、或いは着火しても延焼することなく5秒以内に自然消火することを特徴とする。すなわち、複数層からなる難燃性ポリプロピレンフィルムにおいて、リン酸エステル系難燃剤とNOR型HALS系安定剤とを含有する難燃性能を有する層が複数層存在している場合に、各層がそれぞれ300 μ m以下の厚みとする。

【0063】

本発明の難燃性ポリプロピレンフィルムを製造するには、Tダイ法、或いはインフレーション法などの一般的な樹脂フィルムの製造方法を適宜採用することができ、その製造方法は限定されるものではないが、例えば、メルトフローレート値が5～50g/10分であるポリプロピレン樹脂に、HALS系安定剤を0.4重量%以上と、リン酸エステル系難燃剤を0.5重量%以上とを混合し、Tダイより紡出して未延伸フィルムを形成し、次いでフィルム厚みが300 μ m以下となるように二軸延伸することにより製造することが好ましい。

【0064】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について、具体的なデータを挙げて説明する。

図1は、NOR型HALS系安定剤としてチバ・スペシャルティ・ケミカルズ社製の「CGL-116L」を単独で含有させたポリプロピレンマルチフィラメント系の、前記NOR型HALS系安定剤の含有量と難燃性能及び繊維強度の関係を示すグラフである。

【0065】

前記NOR型HALS系安定剤をポリプロピレン樹脂に高濃度で添加したマスターバッチ(MB)を作成し、溶融紡糸直前にポリプロピレン樹脂のペレットに

同MBを、前記NOR型HALS系安定剤の含有量が0～4重量%になるようにブレンドして熔融紡糸し、熱延伸を行い、難燃性能および繊維強度を測定した。

【0066】

NOR型HALS系安定剤の含有量が1.5重量%で最大の難燃性能を示し、同NOR型HALS系安定剤を2重量%以上含有しても難燃性能は横這いで、繊維強度が低下する傾向にある。このグラフからは、NOR型HALS系安定剤は上述したように、それ自体が難燃性能を有するものであるが、その難燃性能は本発明の難燃性繊維が必要とする難燃性能の水準には及ばないことがわかる。

【0067】

図2は、リン酸エステル系難燃剤として、化学式1に示す構造の芳香族系ポリホスフェートである旭電化工業株式会社製の「FP500」〔1,3-フェニレンビス(2,6-ジメチルフェニルホスフェート)〕を単独で含有させたポリプロピレンマルチフィラメント系の、前記リン酸エステル系難燃剤の含有量と難燃性能及び繊維強度の関係を示すグラフである。

【0068】

前記リン酸エステル系難燃剤をポリプロピレン樹脂に高濃度で添加したマスターバッチ(MB)を作成し、熔融紡糸直前にポリプロピレン樹脂のペレットに同MBを、前記リン酸エステル系難燃剤の含有量が0～7重量%になるようにブレンドして熔融紡糸し、熱延伸を行い、難燃性能および繊維強度を測定した。

【0069】

リン酸エステル系難燃剤は、7.0重量%含有させても難燃性能が目標とする接炎回数4回には及ばない。一方、繊維強度は難燃剤の添加量の増加とともに低下する傾向にあり、含有量が3重量%を超えると繊維強度の低下は大きくなることがわかる。

【0070】

以下、本発明について具体的な実施例を挙げて詳細に説明する。

なお、繊維の難燃性は次のようにして評価した。

【0071】

<繊維燃焼試験法>

評価試験器

- ・スガ試験株式会社製の燃焼試験器、形式「FL-45M」を使用した。

試料の作成方法

- ・本発明の難燃性ポリオレフィン繊維を筒編機により編地に作成する。
- ・筒編機で作成した編地を1gずつ調整したものを準備する。

繊維製品の燃焼性試験方法

- ・JIS No. L-1091 D法の接炎試験、45°コイル法を採用した。
- ・直径10mmのコイル内に試料1gを100mmに調整し挿入する。
- ・試料を挿入したコイルを45°に傾斜する。
- ・試料の最下部にマイクロバーナーで着火する。
- ・試料に接炎して着火するまでの時間を測定する。なお、この時間を「着火時間」とする。
- ・試料の90mmの所が燃焼するまで繰り返し接炎する。
- ・試料の90mmの所が燃焼するまでの回数を接炎回数とする。
- ・5度の測定で接炎回数が全て3回以上である場合、難燃性があるといえる。

【0072】

<フィルム燃焼試験法>

評価試験器

- ・スガ試験株式会社製の燃焼試験器、形式「FL-45M」を使用した。

試料の作成方法

- ・二軸延伸されたポリオレフィンフィルムから70mm×300mmの試験片を準備する。

フィルム製品の燃焼性試験方法

- ・JIS No. L-1091のA-4法、垂直法を採用した。
- ・試験片をその下端がマイクロバーナーから19mmの高さとなるように、マイクロバーナーの上方に垂直に吊るす。
- ・マイクロバーナーの炎の高さを38mmにする。
- ・試料の最下部にマイクロバーナーで接炎時間12秒で着火する。
- ・着火状況、消火状況、消火に要する時間、燃焼量を測定する。

・着火しないか、着火しても3秒以内に消火するものを「難燃性あり」とした。

【0073】

〔実施例1〕

予めベンゾフェノン系紫外線吸収剤を0.1%添加した、メルトフロレート値が30g/10分のポリプロピレン樹脂に、NOR型HALS系安定剤としてチバ・スペシャルティ・ケミカルズ社製の「CGL-116L」を1.5重量%、リン酸エステル系難燃剤として化学式1で示す構造の芳香族系ポリホスフェートである旭電化工業株式会社製の「FP500」を1.0重量%の割合で混合したものを原料として使用した。

押出機温度が230℃、紡糸頭温度が225℃に調整された溶融紡糸機を使用して溶融し、孔径0.8mmの円形24ホールの紡糸口金により賦型し、引き取り速度300m/分で巻き取った。さらに、この未延伸繊維を延伸倍率5.86倍、延伸温度80℃で延伸し、熱セット温度135℃で熱セットしてポリプロピレンマルチフィラメント糸を得た。このときの製糸安定性は良好であった。

【0074】

得られた繊維の繊維強度及び難燃性能を表1に示す。繊維強度は5.99cN/dtexであり養生ネット等の建築用途として十分に使用可能な強度を備えている。また、難燃性能も5つの試料の平均値が5.2回と極めて高い。着火時間についても17秒と大きな値を示し、難燃性能に優れている。更にこのポリプロピレンマルチフィラメント糸をフェードメーター試験機の中で63℃×800時間処理した後の繊維の繊維強度及び難燃性能を表1に示す。処理後には繊維強度が4.35cN/dtex、難燃性能が4.6回といずれも若干低下はしているが、その低下の度合いは少ない。即ち、難燃性能の経時的な変化が小さく耐久性に優れている。

【0075】

〔実施例2～6〕

HALS系安定剤及びリン酸エステル系難燃剤の含有量と延伸倍率とを表1に示す値に変更した以外は、実施例1と同一条件でポリプロピレンマルチフィラメント糸を得た。得られた繊維の繊維強度及び難燃性能を表1に示す。

実施例 2 ～ 6 はいずれも、繊維強度が 4.0 cN/dtex 以上であり、また難燃性能も平均値が 4 回以上であり、且つ 5 つの試料の接炎回数が 4 回以上である優れた難燃性能を備えている。但し、リン系エステル系難燃剤の含有量が多くなると繊維強度が低下している。

【0076】

〔実施例 7〕

紫外線吸収剤を含有させない以外は、実施例 1 と同一条件でポリプロピレンマルチフィラメント糸を得た。得られた繊維の繊維強度及び難燃性能を表 1 に示す。繊維強度は 5.99 cN/dtex であり、難燃性能も 5 つの試料の平均値が 5.4 回と極めて高く、実施例 1 と同等の結果が得られた。しかしながら、得られたポリプロピレンマルチフィラメント糸を実施例 1 と同一条件にてフェードメーター試験機の中で処理した後には、繊維強度が 4.00 cN/dtex 、難燃性能も平均値が 4.2 回と、実施例 1 よりも若干劣り、実施例 1 に比べて耐久性が僅かに劣るものではあるが、実用に際しては問題のない程度である。

【0077】

〔実施例 8〕

NOR 型 HALS 系安定剤としてチバ・スペシャルティ・ケミカルズ社製の「CGL-116L」を 1.5 重量%を、リン酸エステル系難燃剤として、化学式 2 で示す構造の芳香族系ポリホスフェートである旭電化工業株式会社製の「FP600」を 1.0 重量%の割合で混合したものを原料として使用した以外は、実施例 1 と同一条件でポリプロピレンマルチフィラメント糸を得た。

得られた繊維の繊維強度及び難燃性能を表 1 に示す。繊維強度は 5.87 cN/dtex であり、難燃性能については、5 つの試料の着火回数の平均値が 4.4 回であり、着火時間についても 17 秒と大きな値を示し、優れた難燃性能を示す。

【0078】

〔実施例 9〕

NOR 型 HALS 系安定剤としてチバ・スペシャルティ・ケミカルズ社製の「CGL-116L」を 1.5 重量%を、リン酸エステル系難燃剤として、大和化

学工業株式会社製の脂肪族系ホスフェートを 1.0 重量%の割合で混合したものを原料として使用した以外は、実施例 1 と同一条件でポリプロピレンマルチフィラメント系を得た。

得られた繊維の繊維強度及び難燃性能を表 1 に示す。繊維強度は 5.77 cN/dtex であり、難燃性能については、5 つの試料の着火回数の平均値が 4.6 回であり、着火時間についても 16 秒と大きな値を示し、優れた難燃性能を示す。

【0079】

〔比較例 1〕

メルトフロレート値が 30 g/10 分のポリプロピレン系の樹脂だけを用いて NOR 型 HALS 系安定剤及びリン系難燃剤を含有させず、また、延伸倍率を 6.46 に変更した以外は実施例 1 と同一条件でポリプロピレンマルチフィラメント系を得た。

得られた繊維の繊維強度は 6.03 cN/dtex と高いが、難燃性能は平均値が 1.2 回と極めて低い。

【0080】

〔比較例 2～5〕

NOR 型 HALS 系安定剤及びリン酸エステル系難燃剤の含有量と延伸倍率を変更した以外は、実施例 1 と同一条件でポリプロピレンマルチフィラメント系を得た。得られた繊維の繊維強度および難燃性能を表 1 に示した。

いずれも、繊維強度と難燃性能の両方とも目標値を満足する難燃繊維は得られなかった。特に比較例 3 はリン酸エステル系難燃剤の含有量が 10 重量%と多いにもかかわらず、NOR 型 HALS 系安定剤を含有させていないため、難燃性能は平均値が 3.6 と低い。このことから、NOR 型 HALS 系安定剤とリン酸エステル系難燃剤との相乗効果による難燃性能の向上が認められる。

【0081】

ポリプロピレン繊維検討結果

					評価1 (フーノキター処理前)				評価2 (フーノキター処理後)			
	NOR型HALS 系安定剤 (wt%)	リン系 難燃剤 (wt%)	紫外線 吸収剤 (wt%)	延伸倍率	繊維強度 (cN/dtex)	難燃性能		繊維強度 (cN/dtex)	難燃性能			
						着火回数 平均値(n=5)	着火時間 (秒)		着火回数 平均値(n=5)	着火時間 (秒)		
実施例1	1.5	1.0	0.1	5.86	5.99	5.2 (6, 5, 5, 5, 5)	17	4.35	4.6 (5, 4, 5, 4, 5)			
実施例2	1.0	3.0	0.1	5.08	4.43	4.6 (5, 4, 4, 5, 5)	18					
実施例3	1.2	3.0	0.1	5.08	4.20	4.8 (5, 4, 5, 5, 5)	19					
実施例4	1.4	3.0	0.1	5.04	4.18	5.2 (5, 5, 5, 5, 6)	19					
実施例5	1.5	2.0	0.1	5.48	5.44	6.0 (7, 5, 6, 6, 6)	18					
実施例6	2.0	1.0	0.1	5.80	5.90	5.4 (5, 6, 5, 5, 6)	18					
実施例7	1.5	1.0	0.0	5.86	5.99	5.4 (6, 5, 5, 6, 5)	17	4.00	4.2 (5, 4, 4, 4, 4)			
実施例8	1.5	1.0	0.1	5.86	5.87	4.4 (4, 5, 4, 4, 5)	17					
実施例9	1.5	1.0	0.1	5.86	5.77	4.6 (4, 5, 5, 4, 5)	16					
比較例1	0.0	0.0	0.1	6.46	6.03	1.2 (1, 1, 2, 1, 1)	3					
比較例2	5.0	0.0	0.1	5.88	5.82	2.8 (2, 3, 3, 3, 3)	8					
比較例3	0.0	10.0	0.1	4.20	3.10	3.6 (4, 3, 3, 4, 4)	8					
比較例4	0.3	3.0	0.1	5.12	4.22	2.6 (2, 3, 3, 3, 2)	6					
比較例5	1.5	0.3	0.1	6.12	5.98	2.8 (3, 3, 3, 2, 3)	7					

フーノキター処理条件: 63℃ x 800hrs

【表1】

【0082】

[比較例6]

NOR型HALS系安定剤と組み合わせる難燃剤としてシリコン系難燃剤である信越シリコン株式会社製「X-40-9805」を使用する以外は、実施例1と同一条件でポリプロピレンマルチフィラメント糸を得た。得られた繊維の難燃性能は5つの試料の接炎回数の平均値が1と通常のポリプロピレン繊維よりも劣る値となった。このことから、NOR型HALS系安定剤とリン酸エステル系難燃剤との相乗効果による難燃性能の向上が確認された。

【0083】

[実施例10]

予めベンゾフェノン系紫外線吸収剤を0.1重量%、CH₃型HALS系安定剤を0.2重量%添加した、メルトフロレート値が30g/10分のポリプロピレン樹脂を鞘部原料とし、ベンゾフェノン系紫外線吸収剤を0.1重量%添加した、メルトフロレート値が30g/10分のポリプロピレン樹脂にNOR型HALS系安定剤としてチバ・スペシャルティ・ケミカルズ社製の「CGL-116L」を1.0重量%、リン酸エステル系難燃剤として旭電化工業製「FP-500」を1.0重量%の割合で混合したものを芯部原料として使用した。

【0084】

押出機温度が230℃、紡糸頭温度が225℃に調整された溶融紡糸機を使用して芯鞘比率が1となるように溶融し、孔径0.8mmの円形30ホールの複合紡糸口金により賦型し、引取速度300m/分で引き取り、巻き取ることなく連続して延伸倍率6.07倍、延伸温度80℃で延伸し、熱セット温度135℃で熱セットしてポリプロピレン芯鞘型複合マルチフィラメント糸を得た。このときの製糸安定性は良好であった。

【0085】

得られた芯鞘型複合マルチフィラメント糸の繊維強度は5.52cN/dtexであり養生ネット等の建築用途として十分に使用可能な強度を備えている。また、難燃性能は5つの試料の接炎回数が6, 5, 5, 5, 5回であり、その平均値は5.2回と極めて高いものであり、また、着火時間も16秒と高い値を示し、難燃性能の極めて高い繊維であった。さらに製糸時及び製品の臭気についても問題のない水準であった。

【 0 0 8 6 】

〔比較例 7〕

芯部原料に添加する NOR 型 HAL S 系安定剤を 0. 7 重量%に変更した以外は実施例 8 と同一条件で芯鞘型ポリプロピレンマルチフィラメント系を得た。

得られた繊維の繊維強度は 5. 4 2 c N / d t e x であり養生ネット等の建築用途として十分に使用可能な強度を備えており、難燃性能についても接炎平均回数が 4. 2 回と目標値を達成していたが、5 つの試料での接炎回数が 5, 5, 4, 4, 3 回と、5 つの試料中に接炎回数が 3 回のものが含まれており難燃性能が十分とはいえない。

【 0 0 8 7 】

〔実施例 1 1〕

メルトフロレート値が 3 0 g / 1 0 分のポリプロピレン樹脂に NOR 型 HAL S 系安定剤としてチバ・スペシャルティ・ケミカルズ社製の「CGL-116L」を 1. 5 重量%、リン酸エステル系難燃剤として旭電化工業製「FP-500」を 1. 0 重量%の割合で混合したポリプロピレン樹脂を使用した。押出機温度が 2 3 5 ℃、紡糸頭温度が 2 3 0 ℃に調整された熔融紡糸機を使用して熔融し、1 mm × 3 0 0 mm の T ダイにより賦型し、引き取り速度 3 0 m / 分で巻き取った。さらに、この未延伸フィルムを縦方向延伸倍率 3 倍、横方向延伸倍率 2 倍、延伸温度 8 0 ℃で二軸延伸して 1 0 0 μ m の厚みを有するポリプロピレンフィルムを得た。

得られたフィルムの難燃性能を表 2 に示す。このフィルムは炎を近づけると熔融して落下するため着火するに到らず、難燃性に極めて優れたフィルムである。

【 0 0 8 8 】

〔実施例 1 2 ～ 1 4〕

NOR 型 HAL S 系安定剤及びリン酸エステル系難燃剤の含有量とフィルム厚さを表 2 に示す値に変更した以外は、実施例 9 と同一条件でポリプロピレンフィルムを得た。

得られたフィルムの厚みと難燃性能を表 2 に示す。実施例 1 0 ～ 1 1 のフィルムはいずれも、炎を近づけると熔融して落下するため着火するに到らず、難燃性

に極めて優れたフィルムである。実施例 1 2 のフィルムは炎を近づけると溶融し着火するが、3 秒後には消火し、優れた難燃性を示す。なお、実施例 9、1 1 及び 1 2 では NOR 型 HALS 系安定剤及びリン酸エステル系難燃剤の含有量を同一にし、フィルムの厚みのみを異ならせているが、これら 3 つの実施例を比較すると、フィルムの厚さが大きくなると着火しやすくなる傾向が認められる。

【0 0 8 9】

〔比較例 8 ～ 1 0〕

NOR 型 HALS 系安定剤及びリン酸エステル系難燃剤の含有量とフィルム厚さを表 2 に示す値に変更した以外は、実施例 9 と同一条件でポリプロピレンフィルムを得た。得られたフィルムの厚みと難燃性能を表 2 に示した。

厚みが 3 0 0 μ m を越える比較例 1 0 では、NOR 型 HALS 系安定剤及びリン酸エステル系難燃剤の含有量が実施例 9 と同一であっても、炎を近づけると着火、延焼し、難燃性能が得られなかった。また、リン酸エステル系難燃剤のみを添加した比較例 9 も炎を近づけると着火、延焼し、難燃性は得られない。一方、NOR 型 HALS 系安定剤のみを添加した比較例 8 では炎を近づけると着火して 7 秒後に消火し、難燃性は発現するが、本発明の目的とする水準の難燃性は得られなかった。

【0 0 9 0】

〔表 2〕

ポリプロピレンフィルム検討結果

	NOR 型 HALS 系 安定剤 (wt%)	リン系 難燃剤 (wt%)	フィルム 厚さ (μ m)	難燃性能 (垂直試験法)
実施例 11	1.0	1.0	100	◎ フィルムが溶融し着火しない
実施例 12	1.5	1.0	100	◎ フィルムが溶融し着火しない
実施例 13	1.0	1.0	50	◎ フィルムが溶融し着火しない
実施例 14	1.0	1.0	200	○ 溶融し着火するが 3 秒後に消火した
比較例 8	1.0	0.0	100	△ 溶融し着火するが 7 秒後に消火した
比較例 9	0.0	3.0	100	× 着火し、延焼した
比較例 10	1.0	1.0	600	× 着火し、延焼した

【 0 0 9 1 】

以上、説明したように、本発明によれば、ハロゲン系難燃剤を含まず環境的に優しい素材であり、繊維用途として、或いはフィルム用途として十分な繊維強度を有すると共に良好な難燃性能を備え、更には経時的な強度低下も少ない難燃性ポリプロピレン繊維及び難燃性ポリプロピレンフィルムが提供される。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

NOR型HALS系安定剤の含有量と難燃性能及び繊維強度の関係を示すグラフである。

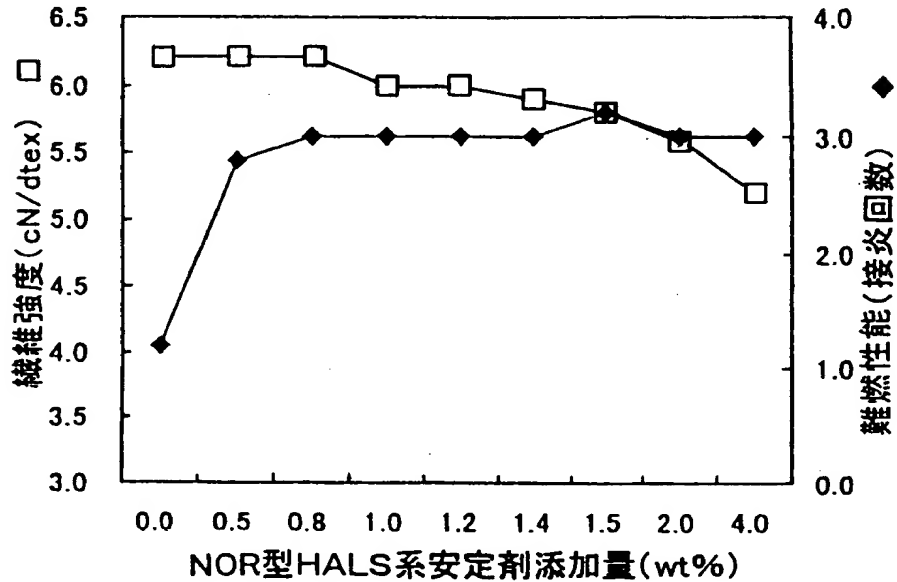
【図 2】

リン酸エステル系難燃剤の含有量と難燃性能及び繊維強度の関係を示すグラフである。

【書類名】 図面

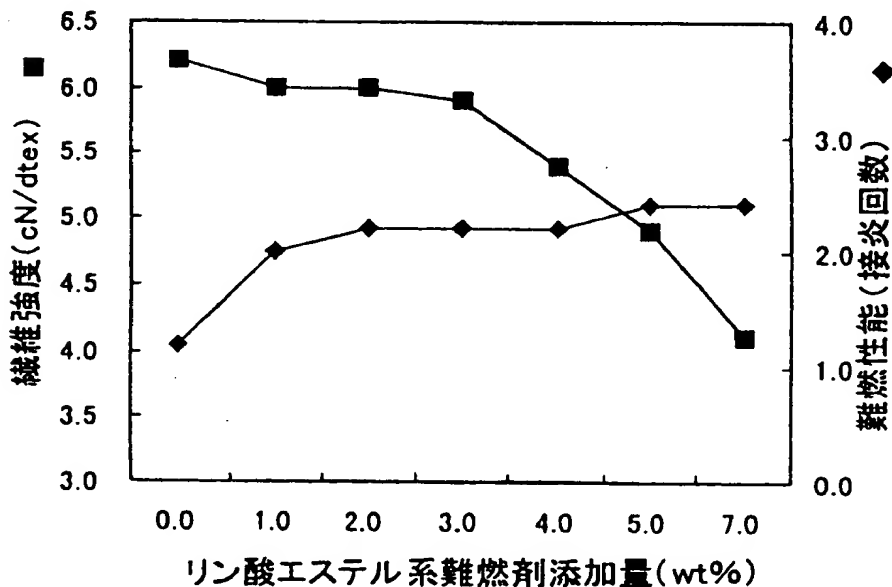
【図 1】

NOR型HALS系安定剤添加量と繊維強度・難燃性能



【図 2】

リン酸エステル系難燃剤添加量と繊維強度・難燃性能



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】優れた難燃性能と良好な繊維強度、フィルム強度とを兼ね備え、且つ有毒ガスの発生のない難燃性ポリプロピレン繊維とその製造方法並びに難燃性ポリプロピレンフィルムを提供する。

【解決手段】メルトフロレート値が5～50 g／10分のポリプロピレン樹脂に、NOR型HALS系安定剤を0.5～3.0重量%と、リン酸エステル系難燃剤を0.5～3.0重量%とを混合して紡出した未延伸糸を、延伸倍率2～7倍、延伸温度50～100℃の範囲で延伸し、更に60～140℃の温度で熱セットする。得られた難燃性ポリプロピレン繊維は、NOR型HALS系安定剤とリン酸エステル系難燃剤とが上述の範囲で含有されているため、十分な繊維強度と優れた難燃性能とを兼ね備えている。また、NOR型HALS系安定剤及びリン酸エステル系難燃剤を上述の範囲で含有する難燃性ポリプロピレンフィルムも同様に、強度と難燃性能とを兼ね備えている。

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000006035]

1. 変更年月日	1998年 4月23日
[変更理由]	住所変更
住 所	東京都港区港南一丁目6番41号
氏 名	三菱レイヨン株式会社